

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

⑫ 公開特許公報(A)

昭63-286343

⑤Int.Cl. ⁴	識別記号	庁内整理番号	⑬公開 昭和63年(1988)11月24日
B 32 B 27/18		6762-4F	
27/32		E-8115-4F	
// A 01 G 9/14		S-6852-2B	
13/02		B-7416-2B	
B 32 B 7/02	1 0 3	6804-4F	審査請求 未請求 発明の数 1 (全11頁)

⑭発明の名称 農業用積層フィルム

⑯特 願 昭62-120962

⑰出 願 昭62(1987)5月18日

- ⑱発明者 横山 和彦 愛知県名古屋市中村区岩塚町大池2番地 三菱化成ビニル株式会社名古屋工場内
- ⑲発明者 一柳 登 愛知県名古屋市中村区岩塚町大池2番地 三菱化成ビニル株式会社名古屋工場内
- ⑳発明者 山中 正博 愛知県名古屋市中村区岩塚町大池2番地 三菱化成ビニル株式会社名古屋工場内
- ㉑出願人 三菱化成ビニル株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目5番2号
- ㉒代理人 弁理士 長谷川 一 外1名

明 細 書

1 発明の名称 農業用積層フィルム

2 特許請求の範囲

(1) オレフィン系樹脂100重量部に対して、
1〜25重量部の下記一般式



ただし式中Mはアルカリ土類金属およびZnを、
Xはn価のアニオンを示す。また、x及びnは
下記式の条件を満足する。

$$0 < x < 0.5$$

$$0 \leq n \leq 2$$

で表わされる屈折率が1.47以上1.52以下の
範囲であるハイドロタルサイト類化合物を配合し
た組成物からなるフィルムの内外面にオレフィン
系樹脂の群から選ばれる少なくとも一種の樹脂層
が設けられている事の特徴とする農業用積層フィ
ルム。

(2) オレフィン系樹脂が密度0.910g/
cm³以上0.935g/cm³以下の低密度ポリエチ
レンもしくはエチレン-α-オレフィン共重合体

である特許請求の範囲第1項記載の農業用積層フィ
ルム。

(3) オレフィン系樹脂が酢酸ビニル含有量が
30重量%以下のエチレン-酢酸ビニル共重合体
である特許請求の範囲第1項記載の農業用積層フィ
ルム。

(4) ハイドロタルサイト類化合物の平均2次
粒子径が5μm以下でBET比表面積が30m²/g
以下である特許請求の範囲第1項記載の農業用積
層フィルム。

(5) 内外層に使用するオレフィン系樹脂の密
度が0.915g/cm³以上0.935g/cm³以下、
でかつモルトインデックスが0.1g/10分以上
4g/10分以下であるポリエチレンもしくはエ
チレン-α-オレフィンコポリマーである特許請求
の範囲第1項記載の農業用積層フィルム。

(6) 内外層に使用するオレフィン系樹脂がモ
ルトインデックス0.1g/10分以上4g/10
分以下で、酢酸ビニル含有量が15重量%以下の
エチレン-酢酸ビニル共重合体である特許請求の

範囲第1項記載の農業用積層フィルム。

(7) 内外層に使用するオレフィン系樹脂がエチレン-メタクリル酸共重合体の亜鉛イオンもしくはナトリウムイオン架橋構造を有するアイオノマー樹脂であり、その密度が 0.935 g/cm^3 以上 0.975 g/cm^3 以下、メルトインデックスが 0.5 g/10分 以上 7 g/10分 以下である特許請求の範囲第1項記載の農業用積層フィルム。

(8) 内外層に使用するオレフィン系樹脂がアクリル酸含有量30重量%のエチレン-アクリル酸共重合体である特許請求の範囲第1項記載の農業用積層フィルム。

3 発明の詳細な説明

「産業上の利用分野」

本発明は保温性、透明性、耐摩擦強度、耐久性および防曇持続性の改良されたオレフィン系樹脂を主体とする農業用積層フィルムに関する。

「従来技術」

従来、農業用ハウス、トンネルハウス等の温室栽培に用いられる温室被覆資材としてはポリ塩化

ビニルフィルムや、ポリエチレンフィルム、エチレン-酢酸ビニル共重合体フィルム等のポリオレフィン系樹脂フィルムが主として使用されている。

これらのうちポリ塩化ビニルフィルムは保温性、透明性、強靱性、耐久性等にすぐれているので近年までこの分野で多用されてきた。しかしながら、ポリ塩化ビニルフィルムは使用中にフィルム中に含まれる可塑剤がフィルム表面にブリードする影響で塵埃が付着して光線透過性が著しく損なわれハウス内の温度上昇を妨げるという欠点があるとともに使用後焼却処理をすると塩酸ガスが発生するため廃棄処理が難しいという問題がある。さらに低温では柔軟性を失い、耐衝撃性が不良になるので寒冷地での使用に耐えないという問題もある。

一方、オレフィン系樹脂フィルムはフィルム中に可塑剤を含まず、化学的構造も安定しているため、長期の使用中でも光線透過性はほとんど変わらないし焼却しても有害ガスの発生がない点では、ポリ塩化ビニルフィルムよりすぐれているが、保温性の点でポリ塩化ビニルフィルムに劣る。そのため、オレフィン系樹脂フィルムは、前記光線透過性が持続する長所をもちながらも従来あまりハウス被覆用フィルムとして利用されなかった。

またオレフィン系樹脂のうちでもエチレン-酢酸ビニル共重合体フィルムは透明性、柔軟性、耐寒性等の利点が認められ、近年農業用被覆資材として注目されているが保温性がポリ塩化ビニルに比べ劣るという上述した問題点の他に摩擦強度が劣るという問題もあり具体的にはパイプハウスのパイプ部やマイカー線押え部で被覆資材を換気のため開閉する際や風にあおられた時に摩擦されフィルムが破損するという問題がある。

一般に、温室、ハウスにおける被覆用フィルムの保温性というのは夜間におけるハウス内の温度の低下を防止する特性であって、昼間太陽光線によってハウス内の地中に吸収された熱が夜間には地面から放射線となって放射されることにより、ハウス内の温度を高く保つのであるが被覆フィルムの地面からの放射線の透過率が高いと地面からの放射線はハウス外に散逸してしまってハウス内

の地温は低下し、その結果ハウス内の温度を外気より高く保つことができなくなる。従って、被覆用フィルムの保温性の良否は前記放射線の吸収または反射率の如何によるものであり、その率の高いもの程良いことになる。

オレフィン系樹脂フィルムの保温性を改良した被覆用フィルムとしては特公昭47-9260号、特公昭47-13853号、特開昭49-105843号、特開昭52-32938号、特開昭55-151043号、特開昭55-151044号及び特開昭60-104141号などの各公報に見られるようにオレフィン系樹脂に硝酸塩化合物や酸化珪素や無水アルミノ硫酸塩や脱水カオリナイト、アルミニウム、シリケート、ゼオライト、ハイドロタルサイト類等特定の無機フィラーを添加したものがある。しかしこれらの方法はオレフィン系樹脂の保温性は改良されているものの、ポリ塩化ビニルフィルムに比べると未だ不充分である。さらに、たとえば特開昭55-151041号及び特開昭55-151042号公報に見られるよ

うな、 $\text{SiO}_2 \cdot \text{TiO}_2$ 、 $\text{SiO}_2 \cdot \text{MgO}$ 、 $\text{SiO}_2 \cdot \text{CaO}$ 及び $\text{SiO}_2 \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ などの複合含水ゲルの添加でポリ塩化ビニル並に保温性が改良されているものであっても最大の問題点は無機フィラーの添加により、通常のフィルム加工法、例えばTダイキャスト法やインフレーション法では溶融樹脂が延伸されながら冷却固化するためフィルム表面が凹凸状になることである。このため、ハウスのパイプ部やマイカー線押え部での摩擦によるフィルムの破損が起りやすくなったり、さらに重要な問題としてフィルムの透明性特に平行光線透過性がポリ塩化ビニルフィルムやエチレン-酢酸ビニル共重合体フィルムに比べると劣る、という問題点があった。また、無機フィラーを含む保温性フィルム層と、耐候性フィルム層、^{防曇}無機性フィルム層との複数層による組合せからなるポリオレフィン系農業用フィルムも提案されているが、無機フィラーの屈折率と無機フィラーを添加する樹脂の屈折率とが異なるためやはり平行光線透過性にすぐれたフィルムを得ることはできなかった。

下記式の条件を満足する。

$$0 < x < 0.5$$

$$0 \leq n \leq 2$$

で表わされる屈折率が1.47以上1.52以下の範囲であるハイドロタルサイト類化合物を配合した組成物からなるフィルムの内外面にオレフィン系樹脂の群から選ばれる少なくとも1種の樹脂層が設けられている事の特徴とする農業用積層フィルムにある。

以下に本発明をさらに詳細に説明する。

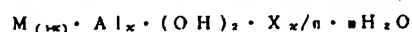
本発明において中間層に使用されるオレフィン系樹脂としては、 α -オレフィンの単独重合体、 α -オレフィンを主成分とする異種単電体との共重合体であり、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、エチレンプロピレン共重合体、エチレン-ブテン共重合体、エチレン-4-メチル-1-ペンテン共重合体、エチレン-酢酸ビニル共重合体、エチレン-アクリル酸共重合体及びアイオノマー樹脂が挙げられる。これらのうち、密度が0.910~0.935g/cm³の低密度ポリエチ

「発明が解決しようとする問題点」

本発明者らは上述のようなオレフィン系樹脂における農業用フィルムとしての問題点を除去し、保温性、透明性、耐摩擦性、耐久性に加えて、防曇持続性にすぐれた農業用フィルムを安価に提供するため、鋭意研究を重ねた結果、オレフィン系樹脂の屈折率とほぼ等しい屈折率を有する特定のハイドロタルサイト類化合物の粉末を添加した組成物からなるフィルムの内外面にオレフィン系樹脂の群から選ばれる少なくとも1種の樹脂層を設けることにより従来技術に比べ極めてすぐれた平行光線透過性、保温性、耐摩擦性、耐久性、防曇持続特性を兼ね備えたフィルムが得られることを見いだし本発明を完成した。

「問題点を解決するための手段」

本発明の要旨は、オレフィン系樹脂100重量部に対して、1~25重量部の下記一般式



ただし式中Mはアルカリ土類金属およびZnを、Xはn価のアニオンを示す。またx及びnは

レンやエチレン- α -オレフィン共重合体および酢酸ビニル含有量が30重量%以下のエチレン-酢酸ビニル共重合体が透明性や耐候性さらには価格の点から農業用フィルムとして好ましい。

なかでも、酢酸ビニル含有量が5重量%以上25重量%以下のエチレン-酢酸ビニル共重合体はこれらのうちでも特に透明性、柔軟性、耐候性等の点でより好ましい。

本発明において内外層に使用されるオレフィン系樹脂も上述した中間層に使用されるオレフィン系樹脂と同じ範ちゅうに属するが、これらのうちでも特に耐摩擦特性の良好な樹脂が好ましい。例えばポリエチレンの場合、密度が0.910g/cm³以上0.935g/cm³以下でノルトインデックスが0.1g/10分以上4g/10分以下のポリエチレンもしくはエチレン- α -オレフィン共重合体が好ましい。密度が0.910g/cm³以下では耐熱性の点で好ましくなく、密度が0.935g/cm³以上では透明性の点で好ましくない。又、ノルトインデックスが0.1g/10分以下では加

工性の点で好ましくなく4g/10分以上では摩擦特性や強度の点で好ましくない。これらポリエチレンの中でも、特に中低圧法で製造されるエチレン-αオレフィン共重合体が耐熱性、耐久性の点で好ましい。

また、エチレン-酢酸ビニル共重合体の場合、酢酸ビニル含有量が15重量%以下、より好ましくは10重量%以下でメルトインデックスが0.1g/10分以上4g/10分以下、より好ましくは0.1g/10分以上1.5g/10分以下のものが好ましい。酢酸ビニル含有量が15重量%以上では耐熱性の点で好ましくなく、メルトインデックスが0.1g/10分以下では加工性の点で4g/10分以上では摩擦特性や強度の点で好ましくない。

また、エチレン-アクリル酸共重合体の場合、アクリル酸含有量30重量%以下、より好ましくは25重量%以下のものが好ましい。

また、アイオノマー樹脂は密度が0.935g/cm³以上0.975g/cm³以下、メルトインデ

クス0.5g/10分以上7g/10分以下のものが好ましく金属イオンはNa⁺、Zn⁺⁺タイプのものが好ましい。

上述した樹脂群のうち特にアイオノマー樹脂、エチレン-アクリル酸共重合体が耐摩擦特性にすぐれた本発明に好適である。

本発明において使用されるハイドロタルサイト類化合物とは一般式



ただし式中、Mはアルカリ土類金属およびZnを示す。Xはn価のアニオンを示す。

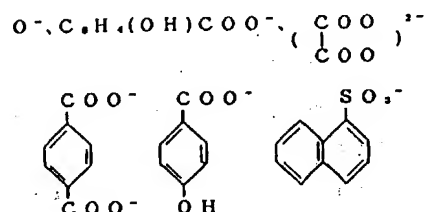
そして、xおよびnは下記式の条件を満足する。

$$0 < x < 0.5$$

$$0 \leq n \leq 2$$

で表わされる屈折率1.47以上1.52以下の範囲であるハイドロタルサイト類化合物である。

上記式においてXで表わされるn価のアニオンの例としては、Cl⁻、Br⁻、I⁻、NO₃⁻、ClO₄⁻、SO₄²⁻、CO₃²⁻、SiO₃²⁻、HPO₄²⁻、HBO₃²⁻、PO₄³⁻、Fe(CN)₆³⁻、Fe(CN)₆⁴⁻、CH₃CO



などの如きアニオンを例示する事ができる。

本発明の農業用積層フィルムで使用する上記ハイドロタルサイト類化合物は、特に限定されるものではないが平行光線透過率、フィルム加工性、物性等を特に向上させるためには平均2次粒子径5μm以下、BET比表面積が30m²/g以下が好ましい。

本発明においてハイドロタルサイト類化合物は表面処理剤で処理して利用するのが好ましい。表面処理する事により、オレフィン系樹脂に対する分散性ないし親和性が一層向上し、フィルムの加工適性、物性、さらに平行光線透過性も向上する。

このような表面処理剤の例としては、例えば、ラウリル酸ソーダ、ラウリル酸カルウム、オレ

イン酸ソーダ、オレイン酸カルウム、ステアリン酸ソーダ、ステアリン酸カルウム、パルミチン酸ソーダ、パルミチン酸カルウム、カプリン酸ソーダ、カプリン酸カルウム、ミリスチン酸ソーダ、ミリスチン酸カルウム、リノール酸ソーダ、リノール酸カルウムなどのような高級脂肪酸のアルカリ金属塩類；ラウリル酸、パルミチン酸、オレイン酸、ステアリン酸、カプリン酸、ミリスチン酸、リノール酸などの如き高級脂肪酸類；イソプロピルトリイソステアロイルチタネート、イソプロピルトリス(ジオクチルバイロホスフェート)チタネート、テトライソプロピルビス(ジオクチルホスファイト)チタネート、ビニルトリエトキシシラン、ガンマメタクリルオキシプロピルトリメトキシシラン、ガンマグリシドオキシプロピルトリメトキシシランなどのようなカップリング剤類；などを例示することができる。

これら表面処理剤による表面処理は、たとえば、温水にハイドロタルサイト類を懸濁した状態のところに、攪拌下に、高級脂肪酸のアルカリ金属塩

の水溶液を加える事により、或いは、ハイドロタルサイト類粉末をヘンシェルミキサー等の混合機により攪拌下、高級脂肪酸の融液とか、カップリング剤の希釈液を滴下することにより行うことができる。これら表面処理剤の量は適宜に選択変更できるが、ハイドロタルサイト類化合物に対して、約1〜約10重量%程度が適当である。

さらに本発明の主旨を損なわない限りは少量の他の金属酸化物等の不純物を含んでもよい。

また、該ハイドロタルサイト類化合物の中間層となるオレイン系樹脂への配合割合は一般にオレイン系樹脂100重量部に対し1〜25重量部が好ましく、2〜20重量部がより好ましい。該配合物の配合量が1重量部未満では得られるフィルムの保温性の改良効果があまり認められず、また配合量が25重量部を越えると得られるフィルムの強度が低下するので好ましくない。

さらに中間層には、ハイドロタルサイト類化合物の分散をより良好にするために例えばソルビタンモノステアレートのようなソルビタン脂肪酸エ

ステルやグリセリンモノステアレートのようなグリセリン脂肪酸エステルなどを分散剤として組成物に対して0.1〜3重量部添加してもよい。

又、中間層、内外層ともに必要に応じて安定剤、紫外線吸収剤、滑剤、防曇剤、その他各種添加剤を適宜配合するのがよい。

本発明の農業用積層フィルムを製造する際、基体オレイン系樹脂にハイドロタルサイト類化合物、更に他の樹脂添加物を配合するには、各々必要量秤量し、リボンブレンダー、パンバリーミキサー、スーパーミキサー、押出機その他従来から知られている配合機、混合機を使用すればよい。

このようにして得られた樹脂組成物をフィルム化するには、それ自体公知の方法、例えばインフレーション加工、カレンダー加工、Tダイ加工等の通常の成形加工方法によればよい。

かかるハイドロタルサイト類化合物を含むオレイン系樹脂からなるフィルムの内外面にオレイン系樹脂の群から選ばれる少なくとも1種の樹脂層を設ける方法としては、それぞれのフィルムを形

成してドライラミネート、ヒートラミネート法等により積層フィルムとする方法、ハイドロタルサイト類化合物を含むオレイン系樹脂フィルムにオレイン系樹脂の群から選ばれる少なくとも1種の樹脂を押出しラミネートする方法、多層共押出法により積層フィルムを同時に成形する方法等既存の技術を用いればよく、特に多層共押出法により成形する方法が成形の容易さ、得られるフィルムの層間接着性、透明性、コスト等の点で好ましい。さらに農業用の用途では広巾フィルムが好まれるので多層インフレ加工法が望ましい。なお、内層と外層を異種の樹脂としてもよいが押出機費用等から考えると通常の目的には同種の樹脂で充分である。

またかかるハイドロタルサイト類化合物を含むオレイン系樹脂からなるフィルム(中間層)と内外面に設ける樹脂(内外層)の厚さは最終用途、目的に応じて決定されるので一概に規定されないが、中間層は要求される保温性のレベルやハイドロタルサイト類化合物の樹脂への配合割合にもよるが、

通常は20 μ mから200 μ m程度で充分であり、内外層は中間層の外側へイズを低下させ耐摩擦性が発現される厚みでよく、通常は5 μ mから50 μ m程度で充分である。

本発明にかかる積層フィルムは、透明でも、裂地でも、半裂地でもよく、その用途は農業用ハウス(温室)、トンネル等の被覆用に使用できるほか、マルチング用、袋掛用等にも使用できる。

また、三層積層した時のフィルム厚味については強度やコストの点で0.03〜0.3mmの範囲のものが好ましく、なかでも0.05〜0.2mmのものが特に好ましい。

「作用」及び「効果」

本発明の農業用積層フィルムは以下のような作用及び効果を奏する。

本発明の農業用積層フィルムは中間層に無機フィラーとしてハイドロタルサイトを含有するが、該ハイドロタルサイトはオレフィン系樹脂とはほぼ同様の屈折率を有するため、オレフィン系樹脂/フィラー界面での光の散乱を生起することなく、内部

ヘイズを低下させることがない。さらに内外面にフィラーを含まない樹脂層を設けたことによりフィルム加工時に生成するフィラーに起因する表面凹凸が著しく改良され結果として外部ヘイズも著しく低下するため、平行光線透過率の非常にすぐれた透明フィルムが得られる。その上、従来のポリオレフィンフィルムの欠点であった保温性は大巾に改良されポリ塩化ビニルフィルムに比肩しうる程度にまで高められる。

また本発明の農業用積層フィルムは、内外面に耐摩擦特性にすぐれたフィラーを含まない樹脂層を設けたことにより、得られるフィルムの耐摩擦特性が著しく良好になり、強靱性を有するものとなり、またフィルム加工時に生成する表面凹凸が著しく改良され結果として塵埃や汚染物質のフィルム表面への蓄積が著しく抑制されるため、これらによる蓄熱劣化等が著しく改良され耐久性が大巾に向上する。

次に本発明の農業用積層フィルムはハイドロタルサイト類化合物が有する吸着性能により、加工

時にいったん吸着した防曇剤のような界面活性剤を徐々にブリードアウトするため、長期にわたるフィルムの防曇持続性を有する。

なお、本発明における好ましい屈折率を有するハイドロタルサイト類化合物は公知の製法により製造されるものであり、オレフィン系樹脂への添加も従来の農業用フィルムを製造する際に用いられる一般の添加剤と格別変わりなく、一緒に添加しうるので従来技術の製造工程がそのまま使用でき、フィルム化も一般に容易であり、結果として本発明は極めて優れたオレフィン系の農業用積層フィルムを提供するものである。

更に、本発明の農業用積層フィルムはオレフィン系樹脂を主体としているため、本質的に焼却処理が容易であり、焼却時に格別の有害物を発生するという問題がない。

【実施例】

次に実施例をあげて本発明を説明するが、これら実施例は単に例示的なものであって、これらに限定されるものではない。

実施例 1

酢酸ビニル含有量が15重量%のエチレン-酢酸ビニル共重合体(MI=1.5g/10分、屈折率=1.495)と、予めステアリン酸ソーダで表面処理をした化学組成 $Mg_{0.5}Al_{0.5}(OH)_2(CO_2)_{0.5} \cdot 0.55H_2O$ を有する平均2次粒子径 $0.3\mu m$ 、BET比表面積 $12m^2/g$ のハイドロタルサイト類化合物(屈折率=1.50)5重量部と防曇剤及び分散剤としてグリセリンモノステアレート0.5重量部、ポリグリセリンステアレート1.0重量部、耐候助剤として2-ヒドロキシ-4-オクトキシベンゾフェノン0.2重量部を添加し、21バンパリーミキサーで樹脂温 $130^\circ C \sim 150^\circ C$ で5分間混練り後、押出機により造粒ペレットを製造した。

以上前記混合物をフィラー混合樹脂と呼ぶことにする。

二層三層インフレーション成形法により中間層には上記フィラー混合樹脂を供給し、内層と外層には低圧法低密度ポリエチレン樹脂(密度=

0.924、MI=2g/10分)を供給し、各層の厚みが内層 $13\mu m$ 、中間層 $50\mu m$ 、外層 $13\mu m$ で構成される三層サンドイッチ構造の透明フィルムを得た。

なお内外層にも中間層同様の防曇剤および耐候助剤処理を施した。

得られたフィルムの保温性、全光線透過率、平行光線透過率、耐摩擦性、耐久性、防曇持続性を測定した結果をまとめて第2表に示した。

実施例 2

実施例1において中間層に用いたハイドロタルサイト類化合物の代りに同じ化学組成の平均2次粒子径 $10\mu m$ 、BET比表面積が $50m^2/g$ のハイドロタルサイト類化合物に代えた以外は実施例1をくり返し透明フィルムを得た。

実施例 3

実施例1において内外層に用いた低圧法低密度ポリエチレン樹脂の代りに、三井ポリケミカル社製商品名ハイミラン1652(密度 $0.94g/cm^3$ 、ノルトインデックス $5.0g/10分$ 、エチレン-

メタクリル酸共重合体のZnイオンタイプ)に代えた以外は実施例1を繰り返し透明フィルムを得た。

実施例4

実施例1において内外層に用いた低圧法低密度ポリエチレン樹脂の代りにエチレン-酢酸ビニル共重合体(酢酸ビニル含有量5重量%、密度 0.925g/cm^3 、メルトインデックス $2\text{g}/10\text{分}$)に代えた以外は実施例1を繰り返し透明フィルムを得た。

実施例5

実施例1において内外層に用いた低圧法低密度ポリエチレン樹脂の代りに高圧法低密度ポリエチレン(密度 0.925g/cm^3 、メルトインデックス $2\text{g}/10\text{分}$)に代えた以外は実施例1を繰り返し透明フィルムを得た。

実施例6

実施例1において、中間層に用いたフィラー混合樹脂のベースに用いたエチレン-酢酸ビニル共重合体の代りに、高圧法低密度ポリエチレン(密

ベースに用いたエチレン-酢酸ビニル共重合体に防曇剤としてグリセリンモノステアレート0.5重量部、ポリグリセリンステアレート1.0重量部、耐候助剤として2-ヒドロキシ-4-オクトキシベンゾフェノン0.2重量部のみを添加して実施例1と同じ方法により造粒ペレットを製造した。

上記造粒ペレットを単層インフレーション成形法により $76\mu\text{m}$ の単層フィルムを得た。

比較例2

実施例1において中間層に用いたフィラー混合樹脂のハイドロタルサイト類化合物の配合割合を3.3重量部に代えた以外は実施例1と同じ方法でフィラー混合樹脂ペレットを製造し、このペレットを用いて比較例1と同じ方法と条件によりフィラー混合樹脂の単層フィルムを得た。得られたフィルムは透明感がやや悪かった。

比較例3

実施例1において中間層に用いたフィラー混合樹脂のハイドロタルサイト類化合物の代りに灼熱

度 0.925g/cm^3 、メルトインデックス $2\text{g}/10\text{分}$)を用い、内外層に用いた低圧法低密度ポリエチレンの代りに、中間層と同じ高圧法低密度ポリエチレンを用いた以外は実施例1を繰り返し透明フィルムを得た。

実施例7

実施例6において用いた中間層のフィラー混合樹脂の内外層をエチレン-アクリル酸共重合体(アクリル酸含有量9.3重量%、密度 0.938g/cm^3 、メルトインデックス $1.5\text{g}/10\text{分}$)に代えた以外は実施例1を繰り返し透明フィルムを得た。

実施例8

実施例1において用いた中間層のハイドロタルサイト類化合物を化学組成 $\text{Mg}_{0.5}\text{Al}_{0.5}(\text{OH})_2(\text{SiO}_3)_{0.5} \cdot 0.52\text{H}_2\text{O}$ 、平均2次粒子径 $0.4\mu\text{m}$ 、BET比表面積 $15\text{m}^2/\text{g}$ のハイドロタルサイト類に代えた以外は実施例1を繰り返し透明フィルムを得た。

比較例1

実施例1において中間層のフィラー混合樹脂の

減量が10重量%のシリカゲル(屈折率1.46、 25°C で相対湿度65%での吸着水分15重量%、平均粒径 $2\mu\text{m}$ 、BET比表面積 $20\text{m}^2/\text{g}$)を同量用いた以外は実施例1を繰り返しフィルムを得た。得られたフィルムは不透明であり、保温性および防曇持続性は本発明に比べて相当に劣る傾向であった。

比較例4

実施例1において中間層に用いたフィラー混合樹脂のハイドロタルサイト類化合物の代りに予め 250°C で2時間乾燥した Al_2O_3 、23重量%、 SiO_2 、61重量%、 Na_2O 10重量%、灼熱減量6重量%のアルミノシリケートゲル(屈折率1.495、 25°C 相対湿度65%での吸着水分18重量%、平均粒径 $5\mu\text{m}$)を同量用いた以外は実施例1を繰り返しフィルムを得た。

前記したすべての実施例及び比較例のフィルムの構成の該略を第1表に、得られたフィルムの各物性を第2表に示した。

尚、実施例及び比較例における各物性試験は以

下のようにして行った。

ハイドロゲルサイトの平均2次粒子径測定:

約2〜3mgの試料をガラス板上に振り、次いでこの上に、適当量の分散媒(商品名:デイスライト)を加え、スパーテルで両者を充分に混練する。その後、この系に少量のシクロヘキサノールを加え希釈する。この希釈液の1滴をスライドグラスに取り、その上をカバーガラスで覆う。このようにして得られた試料を顕微鏡にセットし、その像をテレビ画像に移し、粒子の最大径ごとの数を自動的にカウントさせる。具なった視野を20通り同様の操作を繰り返し、その結果を平均する。

保温性試験:

保温性の測定は断熱材でつくった約80cm平方の箱に1ヶ所の面に試料を張り、保温性測定装置を使用して箱内に挿入した100℃の加熱ブロックによる装置内温度変化をサーミスターにて測定した。

標準試料の農業用ポリ塩化ビニルフィルムの厚さ0.075mmが示す値との温度差を保温性とし

次のとおりとした。

- ・・・外観に変化がなく、伸び残率が80%以上あるもの。
- x・・・外観に変化がなく、伸び残率が79〜60%の範囲にあるもの。
- △・・・亀裂や破れ等の外観変化が一部認められ、伸び残率が79〜60%の範囲にあるもの。
- △x・・・亀裂や破れ等の外観変化がかなり認められ、伸び残率が59〜40%の範囲にあるもの。
- ×・・・全面にわたってひび割れが認められるか、伸び残率が40%未満のもの。

なお、伸び残率は次式より算出した。

$$\text{伸び残率(\%)} = \frac{\text{屋外展張後の伸度}}{\text{屋外展張前の伸度}} \times 100$$

防曇持続性試験:

愛知県名古屋市の園場に間口2m、棟高2m、奥行20mの片屋根型ハウスに60年10月より12ヶ月間フィルムを被覆し、各々フィルムの防

曇(ΔT℃)で表に示した。

光学的性質試験:

本発明で得られたフィルムを波長555ミリミクロンでの全光線透過率及び平行光線透過率を分光光度計(日立製作所製EPS-ZU型)によって測定し、その値を示した。

耐摩損性試験:

U-F耐擦試験機を使用してフィルム試験片を固定部にしわが入らないように取り付け対応する側(左右に作動する側)にペーパーヤスリ#400を貼り付けて固定されたフィルム面に接触させフィルムが破れるまでの擦回数を経験した。

尚、破れ回数が大きいほど耐摩損性に優れる。

この得られたフィルムの値を表に示した。

耐久試験:

南側に面し、地面に対して45度傾斜させて設置した窓枠状の密閉試験台に(設置場所:愛知県名古屋市)各フィルムを60年9月より12ヶ月間暴露しフィルムの一部を暴露試験台から取りはずし、外観及び伸びを評価したもの。評価基準は、

曇性を定期的に肉眼で観察し評価した。

表に示す防曇持続性の評価は、それぞれ次のような意義を有する。

- ・・・フィルム被覆後9ヶ月以上、水が薄膜状に付着し、水滴が認められない状態。
- x・・・フィルム被覆後9ヶ月未満6ヶ月以上、水が薄膜状に付着しているが、わずかに大粒の水滴が認められる状態。
- △・・・フィルム被覆後6ヶ月未満に水が薄膜状に付着しているが、部分的に大粒の水滴の付着が認められる状態。

第 1 表 フィルムの構成

	中 間 層 (0.05mm)					内外層(0.013mm)
	樹脂 (VAwt%) *1	フィラー種類	平均2次 粒子径 (μ m)	BET比表面積 (m^2/g)	添加量 PHR	樹脂 (VAwt%) *1
実施例1	EVA(15)	$Mg_{0.7}Al_{0.3}(OH)_2$ $(CO_2)_{0.5} \cdot 0.55H_2O$	0.3	12	5	L-LDPE
2	"	"	1.0	50	5	"
3	"	"	0.3	12	5	アイオノマー樹脂
4	"	"	0.3	12	5	EVA(5)
5	"	"	0.3	12	5	LDPE
6	LDPE	"	0.3	12	5	"
7	"	"	0.3	12	5	EAA
8	EVA(15)	$Mg_{0.7}Al_{0.3}(CH_3)_2$ $(CO_2)_{0.5} \cdot 0.55H_2O$	0.4	15	5	L-LDPE
比較例1	EVA(15)	—	—	—	—	—
2	"	$Mg_{0.7}Al_{0.3}(OH)_2$ $(CO_2)_{0.5} \cdot 0.55H_2O$	0.3	12	3.3	—
3	"	シリカゲル	5	20	5	L-LDPE
4	"	アルミノシリケートゲル	5	20	5	"

*1()内は、樹脂中の酢酸ビニルの重量%を示す。

なお表中 EVA: エチレン-酢酸ビニル共重合体、LDPE: 高圧法低密度ポリエチレン
L-LDPE: 低圧法低密度ポリエチレン、EAA: エチレン-アクリル酸共重合体
をそれぞれ示す。

第 2 表 フィルムの物性

	光学的性質		保溫性 ΔT ($^{\circ}C$)	耐摩擦性 破れ発生までの 回数	耐久性 12ヶ月 間展張	防曇持続性 12ヶ月 間展張
	全光線 透過率(%)	平行光線 透過率(%)				
実施例1	90	88	0	70	○	○
2	90	80	0	70	○	○
3	90	89	+0.2	100	○	○
4	90	89	+0.2	50	○	○
5	90	88	0	60	○	○
6	90	85	+0.1	120	○	○
7	90	85	+0.12	150	○	○
8	90	88	+0.3	80	○	○
比較例1	92	89	-1.2	20	○	△
2	90	80	0	10	△	○
3	89	53	-0.5	60	○	△
4	90	83	-0.5	60	○	○

以上、実施例及び比較例から明らかなように、
本発明に係るフィルム、すなわち特定のハイドロ
タルサイト類化合物を含有するオレフィン系樹脂
の内外面に他のオレフィン樹脂を積層してなるフィ
ルムは透明性(平行光線透過率)、保溫性、耐摩擦
強度、耐久性、防曇持続性のいずれもすぐれ農業用
フィルムとしてきわめて好適であることがわかる。

なお、特定のハイドロタルサイト類を含有する
オレフィン樹脂の単層フィルムでは保溫性、透明
性は達成できるが、耐摩擦強度、耐久性が劣るこ
と、又、従来から公知となっている他のフィラー
を含有するオレフィン系樹脂の内外面に他のオレ
フィン樹脂を積層してなるフィルムは、保溫性が
不十分であり、耐久性、防曇持続性も劣ることは
前述の説明から明らかであり具体例により示すま
でもないことである。

特許出願人 三菱化成ビニル株式会社
代理人 弁理士 長谷川 一

(ほか1名)

手 続 補 正 書

昭和62年6月22日

特許庁長官 黒田 明 雄 殿

1 事件の表示

昭和62年特許願第120962号

2 発明の名称

農業用積層フィルム

3 補正をする者

事件との関係 特許出願人

名 称 三菱化成ビニル株式会社

4 代 理 人 〒100

東京都千代田区丸の内二丁目5番2号

三菱化成工業株式会社内

(6806) 弁理士 長谷川 (ほか1名)

5 補正命令の日付 自発

6 補正により増加する発明の数 0

7 補正の対象 明細書の「特許請求の範囲」及び

「発明の詳細な説明」の欄

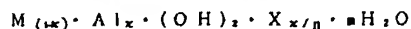
8 補正の内容

1. 明細書の特許請求の範囲を別紙の通り

別紙

特許請求の範囲

(1) オレフィン系樹脂100重量部に対して、
1〜25重量部の下記一般式



ただし式中Mはアルカリ土類金属およびZnを、
Xはn値のアニオンを示す。また、x及びnは
下記式の条件を満足する。

$$0 < x < 0.5$$

$$0 \leq n \leq 2$$

で表わされる屈折率が1.47以上1.52以下の
範囲であるハイドロタルサイト類化合物を配合し
た組成物からなるフィルムの内外面にオレフィン
系樹脂の群から選ばれる少なくとも一種の樹脂層
が設けられている事の特徴とする農業用積層フィ
ルム。

(2) オレフィン系樹脂が密度0.910g/cm³
以上0.935g/cm³以下の低密度ポリエチ
レンもしくはエチレン-αオレフィン共重合体

正する。

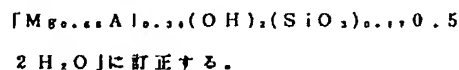
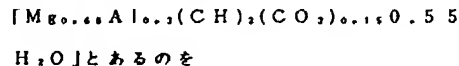
2. 明細書第12頁第18行目に「NO₃⁻」、
「ClO₄⁻」とあるのを「NO₃⁻、ClO₄⁻」に訂正
する。

3. 明細書第14頁第1,2,3,4,5及び6行目
に「カルウム」とあるのをそれぞれ「カリウム」
に訂正する。

4. 明細書第17頁第3〜4行目に「オレイン系
樹脂」とあるのを「オレフィン系樹脂」に訂正
する。

5. 明細書第27頁第14行目に「80cm平方」と
あるのを「80cm立方」に訂正する。

6. 明細書第31頁第1表中、実施例8の「フィ
ラー種類」の欄に



に訂正する。

である特許請求の範囲第1項記載の農業用積層フィ
ルム。

(3) オレフィン系樹脂が酢酸ビニル含有量が
30重量%以下のエチレン-酢酸ビニル共重合体
である特許請求の範囲第1項記載の農業用積層フィ
ルム。

(4) ハイドロタルサイト類化合物の平均2次
粒子径が5μm以下でBET比表面積が30m²/g
以下である特許請求の範囲第1項記載の農業用積
層フィルム。

(5) 内外層に使用するオレフィン系樹脂の密
度が0.915g/cm³以上0.935g/cm³以下、
でかつモルトインデックスが0.1g/10分以上
4g/10分以下であるポリエチレンもしくはエ
チレン-αオレフィンコポリマーである特許請求
の範囲第1項記載の農業用積層フィルム。

(6) 内外層に使用するオレフィン系樹脂がモ
ルトインデックス0.1g/10分以上4g/10
分以下で、酢酸ビニル含有量が15重量%以下の
エチレン-酢酸ビニル共重合体である特許請求の

範囲第1項記載の農業用積層フィルム。

(7) 内外層に使用するオレフィン系樹脂がエチレン-メタクリル酸共重合体の亜鉛イオンもしくはナトリウムイオン架橋構造を有するアイオノマー樹脂であり、その密度が 0.935 g/cm^3 以上 0.975 g/cm^3 以下、メルトインデックスが 0.5 g/10分 以上 7 g/10分 以下である特許請求の範囲第1項記載の農業用積層フィルム。

(8) 内外層に使用するオレフィン系樹脂がアクリル酸含有量30重量%以下のエチレン-アクリル酸共重合体である特許請求の範囲第1項記載の農業用積層フィルム。

PAT-NO: JP363286343A
DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 63286343 A
TITLE: LAMINATE FILM FOR AGRICULTURE
PUBN-DATE: November 24, 1988

INVENTOR-INFORMATION:

NAME
YOKOYAMA, KAZUHIKO
ICHIYANAGI, NOBORU
YAMANAKA, MASAHIRO

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
MITSUBISHI KASEI VINYL CO	N/A

APPL-NO: JP62120962

APPL-DATE: May 18, 1987

INT-CL (IPC): B32B027/18, B32B027/32 , A01G009/14 ,
A01G013/02 , B32B007/02

US-CL-CURRENT: 47/17

ABSTRACT:

PURPOSE: To improve the heat insulation property, transparency, abrasion resistance, durability and defogging endurance by providing at least one kind resin layer selected from olefin resin group on the inner and outer surfaces of a film made of the composition to which the powder of specified hydrotalsite compound having the refractive index almost equal to that of olefin resin is added.

CONSTITUTION: The film is made of the composition in which 1~25 pts.wt. hydrotalsite compound which is shown by the formula $M_{(1-x)}Al_x(OH)_2.Xx/n.mH_2O$ (M shown alkaly earth metal and Zn, and X shows n value anion, and further x and m satisfy $0 < x < 0.5$, $0 \leq m \leq 2$), and has 1.47 or more and 1.52 or less refractive index, is compounded with 100 pts.wt. olefin resin. On the inner and outer surface of said film, at least one kind resin layer selected from olefin resin group is provided. As the olefin resin used for an intermediate layer, a low density polyethylene with $0.910 \sim 0.935$ g/cm³ density or ethylene- α -olefin copolymer and an ethylen-vinyl acetate copolymer having 30 wt.% or less content of vinyl acetate, are preferable.

COPYRIGHT: (C)1988,JPO&Japio